

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004年11月18日 (18.11.2004)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2004/100242 A1

- (51) 国際特許分類: H01L 21/304 化成工業株式会社内 Kyoto (JP). ブラウン, ダンカン (BROWN, Duncan) [US/US]. ヒーリー, マシューディー. (HEALY, Matthew D.) [US/US].
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/006027
- (22) 国際出願日: 2004年5月7日 (07.05.2004) (74) 代理人: 吉川 俊雄 (YOSHIKAWA, Toshio); 〒5340024 大阪府大阪市都島区東野田町4丁目9番19号 村浜ビル6階 Osaka (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2003-131406 2003年5月9日 (09.05.2003) JP  
特願2003-168596 2003年6月13日 (13.06.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三洋化成工業株式会社 (SANYO CHEMICAL INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒6050995 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1 Kyoto (JP). アドバンスド テクノロジー マテリアルズ, インコーポレイテッド (ADVANCED TECHNOLOGY MATERIALS, INC.) [US/US]; 06810 コネテカット ダンバリー コマース ドライブ 7 CT (US).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 中野 智治 (NAKANO, Tomoharu) [JP/JP]; 〒6050995 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内 Kyoto (JP). 中島 史博 (NAKAJIMA, Fumihiro) [JP/JP]; 〒6050995 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内 Kyoto (JP). 宮崎 忠一 (MIYAZAKI, Tadakazu) [JP/JP]; 〒6050995 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: POLISHING LIQUID FOR CMP PROCESS AND POLISHING METHOD

(54) 発明の名称: CMPプロセス用研磨液及び研磨方法

(57) Abstract: A polishing liquid for CMP processes is characterized by comprising an abrasive, an aqueous solvent and an additive, and by containing 15 weight% or more of abrasive particles based on the weight of the polishing liquid which particles have particle diameters of 20-80 nm. A polishing method using such a polishing liquid is also disclosed. The polishing liquid is suitable for surface planarization process of a device wafer which is provided with at least a silicon oxide film, and stably exhibits excellent polishing characteristics such as planarization properties, low scratch properties, high cleaning properties, and the like. Consequently, the polishing liquid is most suitable for surface planarization process of semiconductor device and magnetic heads in semiconductor industry which have interlayer insulating films or interdevice isolation films and surface planarization process of substrates for liquid crystal displays.

(57) 要約: 研磨材、水系溶媒及び添加剤からなり、粒子径20~80nmの研磨材粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上含有することを特徴とするCMPプロセス用研磨液; 及び該研磨液を用いて研磨する研磨方法であって、少なくとも酸化珪素膜が形成されたデバイスウェハの表面平坦化加工に適し、平坦化特性、低キズ特性、高洗浄特性等優れた研磨特性を安定して発揮しうる効果を奏し、半導体産業等における層間絶縁膜又は素子分離膜からなる半導体デバイスや磁気ヘッド及び液晶ディスプレイ用基板の表面平坦化加工に最適である。

## 明 細 書

### CMPプロセス用研磨液及び研磨方法

#### 技術分野

- [0001] 本発明は、CMPプロセス用研磨液に関する。さらに詳しくは半導体素子を製造する際のCMPプロセス用研磨液に関し、特に層間絶縁膜の平坦化工程や、シャロートレンチ素子分離、キャパシタ又は金属配線等の溝への埋め込み層の形成工程及び磁気ヘッド形成工程等において用いられるCMPプロセス用研磨液に関する。

#### 背景技術

- [0002] 従来、CMPプロセスにおいて、研磨後の平坦性の向上を目的として、研磨液に高分子型アニオン界面活性剤を用いる技術が知られている(特開2001-57353号公報)。この技術は、研磨前のデバイスウェハー及び／又は研磨材に活性剤が相互作用するが、ある一定の研磨圧力以上をかけてこの相互作用をうち破ることで研磨を進行させる。表面にパターン形成されたデバイスウェハーの凹部は相対的に研磨圧力がかかりにくいので、結果的にパターンウェハーの凸部を選択的に研磨することになり、優れた平坦性を発現させようというものである。
- [0003] なお、CMPとは、デバイスウェハー等の表面に形成されたパターンの段差を取り除き平坦化するための研磨方法であって、化学研磨と機械研磨を組み合わせたメカノケミカル研磨(Cheical Mechanical Planarization)を意味する。
- [0004] しかし、この方法では、高研磨圧力でなければ研磨が進行せず、そのため研磨後のウェハーに多くのキズを残すことになり、デバイスウェハーの良品率が著しく低下させる。
- [0005] また、高分子型アニオン界面活性剤と研磨液との混合時に研磨材の凝集が起こりやすく、研磨特性にばらつきが発生するという問題点;洗浄後においても被加工物表面に高分子型アニオン界面活性剤が残存しやすく、デバイスウェハーの良品率が上がらないという問題;高分子型アニオン界面活性剤と研磨材との2液を研磨の直前に混合する必要があり、作業性が低いという問題点等がある。

#### 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

[0006] 本発明の第1の目的は、平坦化特性、低キズ特性、高洗浄特性等優れた研磨特性を安定して発揮しうるCMPプロセス用研磨液を提供することである。

本発明の第2の目的は、優れた研磨特性を安定して発揮しうる研磨方法を提供することである。

[0007] 本発明の第3の目的は、上記研磨液、研磨方法を用いて研磨された材料を提供することである。

### 課題を解決するための手段

[0008] すなわち、本発明は、下記[1]～[4]の発明である。

[1]研磨材、水系溶媒及び添加剤からなり、粒子径20～80nmの研磨材粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上含有することを特徴とするCMPプロセス用研磨液である。

[2]該研磨液を用いて研磨する研磨方法である。

[3]該研磨液を用いて研磨されて得られてなる層間絶縁膜、素子分離膜又は磁気ヘッドである。

[4]該層間絶縁膜又は素子分離膜からなる半導体デバイスである。

[0009] (CMPプロセス用研磨液)

本発明のCMPプロセス用研磨液は、粒子径20～80nmの範囲の研磨材粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上含有されることが必須であり、好ましくは粒子径30～70nmの範囲の粒子を研磨液の重量に基づいて10重量%以上含有されるものであり、特に好ましくは粒子径40～60nmの範囲の粒子を研磨液の重量に基づいて5重量%以上含有されるものである。粒子径20～80nmの範囲の粒子が研磨液の重量に基づいて15重量%未満であると研磨後に優れた平坦化特性を発現しにくくなる。

[0010] 本発明における粒子径は、全てキャピラリー方式粒度分布測定装置により測定される個数基準の値である。キャピラリー法による粒度分布測定法としては、例えば、MA TEC APPLIED SCIENCES社の粒度分布測定装置CHDF-2000等を用いて測定できる。

[0011] (CHDF-2000を用いた場合の測定方法)

測定する研磨液をイオン交換水で10〜20倍に希釈し0.5ミクロンのフィルターで濾過し、約1mlマイクロシリンジで粒度分布測定装置に注入した後、圧力3500psi、流速1.4ml/分でキャピラリーカラムの中を移動させ粒子を分離させ、波長220nmのUVディテクターを用い粒子径及び濃度を測定する。

[0012] 研磨材全体の粒子径範囲は、好ましくは1〜250nmであり、より好ましくは20〜100nmである。そして、その中で粒子径20〜80nmの範囲の粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上、好ましくは80重量%以下、より好ましくは60重量%以下含有することが必須である。研磨材に粒子径20〜80nmの範囲の粒子を多く含有させる方法としては、例えばイオン交換法、溶液化学反応法や火炎酸化法等の製造法によってコロイダル状やフュームド状にする方法が挙げられるが、これらの方法にこだわらない。

[0013] 特に好ましいものは、イオン交換法又は溶液化学反応法による、粒子径20〜80nmの範囲の粒子を多く含有するコロイダルシリカである。

研磨材の材質としては、有機粉末及び無機粉末のいずれも使用することができる。単独でも二種以上併用してもよい。

[0014] 有機粉末としては、エポキシ樹脂粉末、ウレタン樹脂粉末、ビニル樹脂粉末、ポリエステル、ベンゾグアナミン樹脂粉末、シリコーン樹脂粉末、ノボラック樹脂粉末およびフェノール樹脂粉末等挙げられる。これらの樹脂粉末であれば分子量、硬さ等は特に限定はない。

[0015] 無機粉末としては、金属酸化物及び金属窒化物等が用いられる。

[0016] 金属酸化物としては、元素の長周期型周期表の4A族、3B族、4B族及び3A族のランタノイドの金属酸化物が挙げられ、例えば、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウム、二酸化珪素及び酸化セリウム等が挙げられる。

[0017] 金属窒化物としては元素の周期表の4A族、3B族、4B及びランタノイドの金属窒化物が挙げられ、例えば窒化ジルコニウム、窒化アルミニウム、窒化珪素及び窒化セリウム等が挙げられる。

[0018] 上記の無機粉末からなる群から選ばれる1種又は2種以上を使用してもよい。

- [0019] これらの研磨材のうち、無機粉末が好ましく、より好ましくは金属酸化物であり、特に好ましくは二酸化珪素である。
- [0020] 研磨材粒子の形態としては、特に限定はない。具体的には、例えば酸化ジルコニウムの場合は、単斜晶、正方晶、及び非晶質のものや、フュームド状のもの（フュームドジルコニア）等；酸化アルミニウムの場合には、 $\alpha$ -、 $\delta$ -、 $\theta$ -、 $\kappa$ -アルミナやフュームド状のもの（フュームドアルミナ）等；二酸化珪素の場合には、コロイド状、フュームド状のもの等；酸化セリウムの場合には、六方晶系、等軸晶系、及び面心立方晶系のもの等；窒化珪素の場合は、 $\alpha$ -、 $\beta$ -、アモルファス窒化珪素等が挙げられるが、これらの形態にこだわらない。形態としては、好ましくはフュームド状、特にコロイド状である。
- [0021] 本発明における添加剤としては、好ましくは25℃のpKaが7以上、11以下の塩基性物質等が挙げられる。より好ましくはpKaが7.5以上、10.5以下、特に好ましくはpKaが8以上、10以下の塩基性物質である。25℃のpKaが7以上であると優れた平坦化特性を発現し、11以下であると優れた洗浄性を発現する。添加量は研磨液の重量に基づいて好ましくは0.01〜10重量%、より好ましくは0.05〜5重量%含有するものである。塩基性物質の添加量が研磨液の重量に基づいて0.01重量%以上であると、優れた平坦化特性を発現し、10重量%以下であると優れた洗浄性を発現する。ここでpKaとは25℃における水中での塩基性物質の電離定数の対数値のことをいう。
- [0022] pKaが7以上、11以下の塩基性物質である添加剤としては、例えばアンモニア及びアミノ化合物が挙げられる。
- [0023] アミノ化合物としては、下記の脂肪族アミン、脂環式アミン、芳香族アミン、ポリアミドポリアミン、ポリエーテルポリアミン、エポキシ付加ポリアミン、シアノエチル化ポリアミン、第4級アンモニウム塩、アミノアルコール、その他のアミンが挙げられる。
- [0024] (1) 脂肪族アミン類（好ましくは炭素数2〜18、官能基数1〜7、分子量60〜500）；  
(i) アミノ基数1個の脂肪族アミン類；  
例えば、炭素数1〜8のモノアルキルアミン（イソプロピルアミン、イソブチルアミン等）、炭素数2〜12のジアルキルアミン（ジプロピルアミン、ジイソプロピルアミン、ジブチ

ルアミン、ジイソブチルアミン、ジプロピルアンモニウムハイドロオキシド、ジイソプロピルアンモニウムハイドロオキシド等)、炭素数3〜16のトリアルキルアミン(トリエチルアミン、トリプロピルアミン、トリイソプロピルアミン、トリイソブチルアミン等)等;

[0025] (ii)アミノ基数2〜7又はそれ以上の脂肪族アミン(好ましくは炭素数2〜18、分子量60〜500);

例えば、炭素数2〜6のアルキレンジアミン(エチレンジアミン、プロピレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン等)、ポリアルキレン(炭素数2〜6)ポリアミン[ジエチレントリアミン、イミノビスプロピルアミン、ビス(ヘキサメチレン)トリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン等];

[0026] (iii) (ii)のアルキル(炭素数1〜4)又はヒドロキシアルキル(炭素数2〜4)置換体[ジアルキル(炭素数1〜3)アミノプロピルアミン、N, N'-ジメチルヘキサメチレンジアミン、2, 5-ジメチルヘキサメチレンジアミン、メチルイミノビスプロピルアミン等];

[0027] (iv)芳香脂肪族アミン類(好ましくは炭素数8〜15)(キシリレンジアミン、テトラクロロ-p-キシリレンジアミン等);

[0028] (2)脂環式ポリアミン(好ましくは炭素数4〜15、官能基数2〜3);

1, 3-ジアミノシクロヘキサン、イソホロンジアミン、4, 4'-メチレンジシクロヘキサジジアミン等;

[0029] (3)複素環式ポリアミン(好ましくは炭素数4〜15、官能基数2〜3);

ピペラジン、N-アミノエチルピペラジン、1, 4-ジアミノエチルピペラジン、1, 4-ビス(2-アミノ-2-メチルプロピル)ピペラジン、[3, 9-ビス(3-アミノプロピル)-2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ[5, 5]ウンデカン]等;

[0030] (4)芳香族ポリアミン(好ましくはアミノ基数2〜7、炭素数6〜20);

非置換芳香族ポリアミン、例えば1, 2-, 1, 3-及び1, 4-フェニレンジアミン、2, 4'-及び4, 4'-ジフェニルメタンジアミン、クルードジフェニルメタンジアミン[ポリフェニルポリメチレンポリアミン]、ジアミノジフェニルスルホン、ベンジジン、チオジアニリン、ビス(3, 4-ジアミノフェニル)スルホン、2, 6-ジアミノピリジン、m-アミノベンジルアミン、トリフェニルメタン-4, 4', 4"-トリアミン、ナフチレンジアミン;

[0031] 核置換アルキル基(例えばメチル、エチル、n-及びi-プロピル、ブチル等の炭素数1-4のアルキル基)を有する芳香族ポリアミン、例えば2, 4-及び2, 6-トリレンジアミン、クルードトリレンジアミン、ジエチルトリレンジアミン、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、4, 4'-ビス(o-トルイジン)、ジアニシジン、ジアミノジトリルスルホン、1, 3-ジメチル-2, 4-ジアミノベンゼン、1, 3-ジエチル-2, 4-ジアミノベンゼン、1, 3-ジメチル-2, 6-ジアミノベンゼン、1, 4-ジエチル-2, 5-ジアミノベンゼン、1, 4-ジイソプロピル-2, 5-ジアミノベンゼン、1, 4-ジブチル-2, 5-ジアミノベンゼン、2, 4-ジアミノメシチレン、1, 3, 5-トリエチル-2, 4-ジアミノベンゼン、1, 3, 5-トリイソプロピル-2, 4-ジアミノベンゼン、1-メチル-3, 5-ジエチル-2, 4-ジアミノベンゼン、1-メチル-3, 5-ジエチル-2, 6-ジアミノベンゼン、2, 3-ジメチル-1, 4-ジアミノナフタレン、2, 6-ジメチル-1, 5-ジアミノナフタレン、2, 6-ジイソプロピル-1, 5-ジアミノナフタレン、2, 6-ジブチル-1, 5-ジアミノナフタレン、3, 3', 5, 5'-тетраметилбензидин、3, 3', 5, 5'-тетрайзопропилбензидин、3, 3', 5, 5'-тетраметил-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3', 5, 5'-тетраэтил-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3', 5, 5'-тетрайзопропил-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3', 5, 5'-тетрабутил-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 5-ジエチル-3'-メチル-2', 4-ジアミノジフェニルメタン、3, 5-ジイソプロピル-3'-メチル-2', 4-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジエチル-2, 2'-ジアミノジフェニルメタン、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、3, 3', 5, 5'-тетраэтил-4, 4'-ジアミノбензофенон、3, 3', 5, 5'-тетрайзопропил-4, 4'-ジアミノбензофенон、3, 3', 5, 5'-тетраэтил-4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、3, 3', 5, 5'-тетрайзопропил-4, 4'-ジアミノジフェニルスルホン、これらの異性体の種々の割合の混合物;

[0032] 核置換電子吸引基(例えばCl、Br、I、F等のハロゲン;メキシ、エトキシ等のアルコキシ基;ニトロ基等)を有する芳香族ポリアミン、例えばメチレンビス-o-クロロアニリン、4-クロロ-o-フェニレンジアミン、2-クロル-1, 4-フェニレンジアミン、3-アミノ-4-クロロアニリン、4-ブロモ-1, 3-フェニレンジアミン、2, 5-ジクロル-1, 4-フェニレンジアミン、5-ニトロ-1, 3-フェニレンジアミン、3-ジメトキシ-4-アミノアニリン;4, 4

1'-ジアミノ-3, 3'-ジメチル-5, 5'-ジブロモ-ジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン、3, 3'-ジメトキシベンジジン、ビス(4-アミノ-3-クロロフェニル)オキシド、ビス(4-アミノ-2-クロロフェニル)プロパン、ビス(4-アミノ-2-クロロフェニル)スルホン、ビス(4-アミノ-3-メトキシフェニル)デカン、ビス(4-アミノフェニル)スルフィド、ビス(4-アミノフェニル)テルリド、ビス(4-アミノフェニル)セレニド、ビス(4-アミノ-3-メトキシフェニル)ジスルフィド、4, 4'-メチレンビス(2-ヨードアニリン)、4, 4'-メチレンビス(2-ブロモアニリン)、4, 4'-メチレンビス(2-フルオロアニリン)、4-アミノフェニル-2-クロロアニリン；

[0033] 2級アミノ基を有する芳香族ポリアミン[上記芳香族ポリアミンの-NH<sub>2</sub>部又は全部が-NH-R' (R'はアルキル基例えばメチル、エーテル等の低級アルキル基)で置き換ったもの]例えば4, 4'-ジ(メチルアミノ)ジフェニルメタン、1-メチル-2-メチルアミノ-4-アミノベンゼン；

[0034] (5) ポリアミドポリアミン；

ジカルボン酸(ダイマー酸等)と過剰の(酸1モル当り1-2級アミノ基が2モルの)ポリアミン類(官能基数2-7の上記アルキレンジアミン、ポリアルキレンポリアミン等)との縮合により得られるポリアミドポリアミン(数平均分子量200-1, 000)等；

[0035] (6) ポリエーテルポリアミン(アミノ基数；好ましくは2-7)；

ポリエーテルポリオール(OH数；好ましくは2-7)のシアノエチル化物の水素化物(分子量230-1, 000)等；

[0036] (7) エポキシ付加ポリアミン；

エポキシ化合物[特開2001-40331号公報記載の上記ポリエポキシサイド(B1)及びモノエポキシサイド(b)]1モルをポリアミン類(上記アルキレンジアミン、ポリアルキレンポリアミン等)に1-30モル付加させることによって得られるエポキシ付加ポリアミン(分子量230-1, 000)等；

[0037] (8) シアノエチル化ポリアミン：アクリロニトリルとポリアミン類(上記脂肪族ポリアミン等)との付加反応により得られるシアノエチル化ポリアミン、ビスシアノエチルジエチレントリアミン等(分子量230-606)等；

[0038] (9) その他のポリアミン化合物；



- (i)ヒドラジン類(ヒドラジン、モノアルキル(炭素数1〜5)ヒドラジン等);
  - (ii)ジヒドラジッド類(コハク酸ジヒドラジッド, アジピン酸ジヒドラジッド等の炭素数4〜30の脂肪族系ジヒドラジッド; イソフタル酸ジヒドラジッド, テレフタル酸ジヒドラジッド等の炭素数10〜40の芳香族系ジヒドラジッド;);
  - (iii)グアニジン類(ブチルグアニジン等の炭素数1〜5のアルキルグアニジン; 1-シアノグアニジン等のシアノグアニジン);
  - (iv)ジシアンジアミド等;
- 並びにこれらの2種以上の混合物。

[0039] (10)アミジン類の第4級アンモニウム塩

上記第4級アンモニウムカチオンとしては下記のものが挙げられる。対アニオンとしては、ハロゲンイオン、カルボン酸アニオン、スルホン酸アニオン、リン酸アニオン等が挙げられるがこれらに限定されない。

[0040] (i)炭素数3〜30又はそれ以上のイミダゾリニウム;

1,2,3-トリメチルイミダゾリニウム、1,2,3,4-テトラメチルイミダゾリニウム、1,3,4-トリメチル-2-エチルイミダゾリニウム、1,3-ジメチル-2,4-ジエチルイミダゾリニウム、1,2-ジメチル-3,4-ジエチルイミダゾリニウム、1,2-ジメチル-3-エチルイミダゾリニウム、1-エチル-3-メチルイミダゾリニウム、1-メチル-3-エチルイミダゾリニウム、1,2,3,4-テトラエチルイミダゾリニウム、1,2,3-トリエチルイミダゾリニウム、4-シアノ-1,2,3-トリメチルイミダゾリニウム、2-シアノメチル-1,3-ジメチルイミダゾリニウム、4-アセチル-1,2,3-トリメチルイミダゾリニウム、3-アセチルメチル-1,2-ジメチルイミダゾリニウム、4-メチルカルボキシメチル-1,2,3-トリメチルイミダゾリニウム、3-メトキシ-1,2-ジメチルイミダゾリニウム、4-ホルミル-1,2,3-トリメチルイミダゾリニウム、4-ホルミル-1,2-ジメチルイミダゾリニウム、3-ヒドロキシエチル-1,2,3-トリメチルイミダゾリニウム、3-ヒドロキシエチル-1,2-ジメチルイミダゾリニウム等;

[0041] (ii)炭素数3〜30又はそれ以上のイミダゾリウム;

1,3-ジメチルイミダゾリウム、1-エチル-3-メチルイミダゾリウム、1-メチル-3-エチルイミダゾリウム、1,2,3-トリメチルイミダゾリウム、1,2,3,4-テトラメチルイミダゾリウム、1,3-ジメチル-2-エチルイミダゾリウム、1,2-ジメチル-3-エチルイミダゾリウム

ム、1-エチル-3-メチルイミダゾリウム、1-メチル-3-エチルイミダゾリウム、1, 2, 3-トリエチルイミダゾリウム、1, 2, 3, 4-テトラエチルイミダゾリウム、1, 3-ジメチル-2-フェニルイミダゾリウム、1, 3-ジメチル-2-ベンジルイミダゾリウム、1-ベンジル-2, 3-ジメチルイミダゾリウム、4-シアノ-1, 2, 3-トリメチルイミダゾリウム、3-シアノメチル-1, 2-ジメチルイミダゾリウム、4-アセチル-1, 2, 3-トリメチルイミダゾリウム、3-アセチルメチル-1, 2-ジメチルイミダゾリウム、4-カルボキシメチル-1, 2, 3-トリメチルイミダゾリウム、4-メトキシ-1, 2, 3-トリメチルイミダゾリウム、4-ホルミル-1, 2, 3-トリメチルイミダゾリウム、3-ホルミルメチル-1, 2-ジメチルイミダゾリウム、3-ヒドロキシエチル-1, 2-ジメチルイミダゾリウム、2-ヒドロキシエチル-1, 3-ジメチルイミダゾリウム、N, N'-ジメチルベンゾイミダゾリウム、N, N'-ジエチルベンゾイミダゾリウム、N-メチル-N'-エチルベンゾイミダゾリウム等；

[0042] (iii)炭素数4-30又はそれ以上のテトラヒドロピリミジニウム；

1, 3-ジメチルテトラヒドロピリジニウム、1, 2, 3-トリメチルテトラヒドロピリジニウム、1, 2, 3, 4-テトラメチルテトラヒドロピリジニウム、8-メチル-1, 8-ジアザビシクロ[5, 4, 0]-7-ウンデセニウム、5-メチル-1, 5-ジアザビシクロ[4, 3, 0]-5-ノネニウム、4-シアノ-1, 2, 3-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、3-シアノメチル-1, 2-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、4-アセチル-1, 2, 3-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、3-アセチルメチル-1, 2-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、4-メチルカルボキシメチル-1, 2, 3-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、4-メトキシ-1, 2, 3-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、3-メトキシメチル-1, 2-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、4-ヒドロキシメチル-1, 2, 3-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、4-ヒドロキシメチル-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム等；

[0043] (iv)炭素数4-30又はそれ以上のジヒドロピリミジニウム；

1, 3-ジメチル-2, 4-もしくは-2, 6-ジヒドロピリミジニウム[これらを1, 3-ジメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウムと表記し、以下同様の表現を用いる。]、1, 2, 3-トリメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、1, 2, 3, 4-テトラメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、1, 2, 3, 5-テトラメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、8-メチル-1, 8-ジアザビシクロ[5, 4, 0]-7, 9(10)-ウンデカンジェニウム、5-メチル-

1, 5-ジアザシクロ[4, 3, 0]-5, 7(8)-ノナジエニウム、2-シアノメチル-1, 3-ジメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、3-アセチルメチル-1, 2-ジメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、4-メチルカルボキシメチル-1, 2, 3-トリメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、4-メトキシ-1, 2, 3-トリメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、4-ホルミル-1, 2, 3-トリメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、3-ヒドロキシエチル-1, 2-ジメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ヒドロキシエチル-1, 3-ジメチル-2, 4, (6)-ジヒドロピリミジニウム等;

[0044] (v)炭素数3〜30又はそれ以上のイミダゾリニウム骨格を有するグアニジウム;

2-ジメチルアミノ-1, 3, 4-トリメチルイミダゾリニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3, 4-トリメチルイミダゾリニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチル-4-エチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-1-メチル-3, 4-ジエチルイミダゾリニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3, 4-トリエチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-1, 3-ジメチルイミダゾリニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチルイミダゾリニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジエチルイミダゾリニウム、1, 5, 6, 7-テトラヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-イミド[1, 2a]イミダゾリニウム、1, 5, 6, 7-テトラヒドロ1, 2-ジメチル-2H-ピリミド[1, 2a]イミダゾリニウム、1, 5-ジヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-ピリミド[1, 2a]イミダゾリニウム、2-ジメチル-3-シアノメチル-1-メチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-3-メチルカルボキシメチル-1-メチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-3-メトキシメチル-1-メチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-4-ホルミル-1, 3-ジメチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-3-ヒドロキシエチル-1-メチルイミダゾリニウム、2-ジメチルアミノ-4-ヒドロキシメチル-1, 3-ジメチルイミダゾリニウム等;

[0045] (vi)炭素数3〜30又はそれ以上のイミダゾリウム骨格を有するグアニジウム;

2-ジメチルアミノ-1, 3, 4-トリメチルイミダゾリウム、2-ジエチルアミノ-1, 3, 4-トリメチルイミダゾリウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチル-4-エチルイミダゾリウム、2-ジエチルアミノ-1-メチル-3, 4-ジエチルイミダゾリウム、2-ジエチルアミノ-1, 3, 4-トリエチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-1, 3-ジメチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-1-エチル-3-メチルイミダゾリウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジエチルイミダゾリウム、1, 5, 6, 7-テトラヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-イミド[1, 2a]イミダゾリウム

、1, 5, 6, 7-テトラヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-ピリミド[1, 2a]イミダゾリウム、1, 5-ジヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-ピリミド-[1, 2a]イミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-3-シアノメチル-1-メチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-アセチル-1, 3-ジメチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-4-メチルカルボキシメチル-1, 3-ジメチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-4-メトキシ-1, 3-ジメチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-3-メトキシメチル-1-メチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-3-ホルミルメチル-1-メチルイミダゾリウム、2-ジメチルアミノ-4-ヒドロキシメチル-1, 3-ジメチルイミダゾリウム等；

[0046] (vii)炭素数4〜30又はそれ以上のテトラヒドロピリミジニウム骨格を有するグアニジウム；

2-ジメチルアミノ-1, 3, 4-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3, 4-トリメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチル-4-エチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1-メチル-3, 4-ジエチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジエチルテトラヒドロピリミジニウム、1, 3, 4, 6, 7, 8-ヘキサヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-イミド[1, 2a]ピリミジニウム、1, 3, 4, 6, 7, 8-ヘキサヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-ピリミド[1, 2a]ピリミジニウム、2, 3, 4, 6-テトラヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-ピリミド[1, 2a]ピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-シアノメチル-1-メチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-アセチル-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-メチルカルボキシメチル-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-メチルカルボキシメチル-1-メチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-メトキシメチル-1-メチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-ホルミル-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-ヒドロキシエチル-1-メチルテトラヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-ヒドロキシメチル-1, 3-ジメチルテトラヒドロピリミジニウム等；

[0047] (viii)炭素数4〜30又はそれ以上のジヒドロピリミジニウム骨格を有するグアニジウム；  
2-ジメチルアミノ-1, 3, 4-トリメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジエチ

ルアミノ-1, 3, 4-トリメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-1-メチル-3, 4-ジエチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1-メチル-3, 4-ジエチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3, 4-トリエチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジエチルアミノ-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-1-エチル-3-メチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、1, 6, 7, 8-テトラヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-イミド[1, 2a]ピリミジニウム、1, 6-ジヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-イミド[1, 2a]ピリミジニウム、1, 6-ジヒドロ-1, 2-ジメチル-2H-ピリミド[1, 2a]ピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-シアノ-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-アセチル-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-アセチルメチル-1-メチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-メチルカルボキシメチル-1-メチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-メトキシ-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-ホルミル-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-3-ホルミルメチル-1-メチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム、2-ジメチルアミノ-4-ヒドロキシメチル-1, 3-ジメチル-2, 4(6)-ジヒドロピリミジニウム等;

[0048] (11)アミノアルコール; (アミノ基数:1, OH基数:1-3)

炭素数2-12のアルカノールアミン類、例えばモノ-、ジ-及びトリ-のアルカノールアミン(モノエタノールアミン、モノイソプロパノールアミン、モノブタノールアミン、トリエタノールアミン、トリプロパノールアミン等);これらのアルキル(炭素数1-4)置換体[N, N-ジアルキルモノアルカノールアミン(N, N-ジメチルエタノールアミン、N, N-ジエチルエタノールアミン等)、N-アルキルジアルカノールアミン(N-メチルジエタノールアミン、N-ブチルジエタノールアミン等)];およびこれらのジメチル硫酸あるいはベンジルクロリド等の4級化剤による窒素原子4級化物等;

[0049] これらのうちで好ましいのはアンモニア、脂肪族アミン、脂環式ポリアミン、複素環式ポリアミン及び芳香族ポリアミン類であり、より好ましくはアンモニア、及び脂肪族アミンであり、特に好ましくはアンモニア、及び第1級アミノ基を有する脂肪族アミンである

- 。
- [0050] 本発明における水系溶媒とは、水を必須成分としてなる溶媒を意味し、水及び水と有機溶媒とからなる混合溶媒等が使用できる。有機溶媒としては、炭素数1〜3のアルコール(メタノール、エタノール及びイソプロパノール等)、炭素数2〜4のエーテル(ジメチルエーテル及びジエチルエーテル等)、炭素数3〜6のケトン(アセトン及びメチルイソブチルケトン等)及びこれらの混合物等が好ましく用いられる。これらのうち、炭素数1〜3のアルコール(メタノール、エタノール及びイソプロパノール等)がより好ましい。
- [0051] 有機溶媒を使用する場合、有機溶媒の含有量は、水系溶媒の重量に基づいて、0.0000001〜10重量%が好ましく、より好ましくは0.00001〜3重量%、特に好ましくは0.001〜1重量%である。
- [0052] 水系溶媒の含有量は、研磨液の重量に基づいて、50重量%以上が好ましく、より好ましくは52重量%以上、特に好ましくは55重量%以上、最も好ましくは60重量%以上である。また、99.9重量%以下が好ましく、より好ましくは99重量%以下、特に好ましくは97重量%以下、最も好ましくは95重量%以下である。
- [0053] 本発明のCMPプロセス用研磨液は、上記の研磨材、水系溶媒及び添加剤が特定量配合されたものであるが、さらに必要により公知の防錆剤、界面活性剤及びその他の添加剤(キレート剤、pH調整剤、防腐剤及び消泡剤等)等を加えることができる。
- [0054] 防錆剤としては、通常CMPプロセス用研磨材に使用されるものが使用でき、例えば、炭素数2〜16の脂肪族又は脂環式アミン(オクチルアミン等のアルキルアミン;オレイルアミン等;シクロヘキシルアミン等のシクロアルキルアミン等)及びそのエチレンオキシド(1〜2モル)付加物;アルカノールアミン(モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノプロパノールアミン等)及びそのエチレンオキシド(1〜2モル)付加物;脂肪族カルボン酸(オレイン酸、ステアリン酸等)とアルカリ金属又はアルカリ土類金属との塩;スルホン酸(石油スルホネート等);リン酸エステル(ラウリルホスフェート等)、ケイ酸カルシウム等のケイ酸塩、リン酸ナトリウム、リン酸カリウム、ポリリン酸ナトリウム等のリン酸塩、亜硝酸ナトリウム等の亜硝酸塩、1, 2, 3-ベンゾトリアゾール、カルボキシベンゾトリアゾール等のベンゾトリアゾール等が挙げられる。なお、これらは2種

以上を併用してもよい。防錆剤を加える場合、防錆剤の含量は、研磨液の重量に基づいて、0.01重量%以上が好ましく、より好ましくは0.05重量%以上、特に好ましくは0.1重量%以上であり、また、5重量%以下が好ましく、より好ましくは3重量%以下、特に好ましくは2重量%以下である。

- [0055] 界面活性剤としては、ノニオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、及び両性界面活性剤が使用できる。
- [0056] ノニオン性界面活性剤としては、脂肪族アルコール(炭素数8〜24)アルキレンオキシド(アルキレンの炭素数2〜8)付加物(重合度=1〜100)、(ポリ)オキシアルキレン(アルキレンの炭素数2〜8、重合度=1〜100)高級脂肪酸(炭素数8〜24)エステル[モノステアリン酸ポリエチレングリコール(重合度=20)及びジステアリン酸ポリエチレングリコール(重合度=30)等]、多価(2価〜10価又はそれ以上)アルコール(炭素数2〜10)脂肪酸(炭素数8〜24)エステル[モノステアリン酸グリセリン、モノステアリン酸エチレングリコール、モノラウリン酸ソルビタンおよびジオレイン酸ソルビタン等]、(ポリ)オキシアルキレン(アルキレンの炭素数2〜8、重合度=1〜100)多価(2価〜10価又はそれ以上)アルコール(炭素数2〜10)高級脂肪酸(炭素数8〜24)エステル[モノラウリン酸ポリオキシエチレン(重合度=10)ソルビタン及びポリオキシエチレン(重合度=50)ジオレイン酸メチルグルコシド等]、(ポリ)オキシアルキレン(アルキレンの炭素数2〜8、重合度=1〜100)アルキル(炭素数1〜22)フェニルエーテル、1:1型ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミドおよびアルキル(炭素数8〜24)ジアルキル(炭素数1〜6)アミノオキシド[ラウリルジメチルアミノオキシド等]等が挙げられる。
- [0057] アニオン性界面活性剤としては、炭素数8〜24の炭化水素カルボン酸又はその塩[(ポリ)オキシエチレン(重合度=1〜100)ラウリルエーテル酢酸ナトリウム、(ポリ)オキシエチレン(重合度=1〜100)ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム等]、炭素数8〜24の炭化水素硫酸エステル塩[ラウリル硫酸ナトリウム、(ポリ)オキシエチレン(重合度=1〜100)ラウリル硫酸ナトリウム、(ポリ)オキシエチレン(重合度=1〜100)ラウリル硫酸トリエタノールアミン、(ポリ)オキシエチレン(重合度=1〜100)ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド硫酸ナトリウム、]、炭素数8〜24の炭化水素スルホン酸塩[ド

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等]、炭素数8〜24の炭化水素リン酸エステル塩[ラウリルリン酸ナトリウム等]及びその他[スルホコハク酸(ポリ)オキシエチレン(重合度=1〜100)ラウロイルエタノールアミド2ナトリウム、ヤシ油脂肪酸メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシントリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸トリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム、ラウロイルメチル-β-アラニンナトリウム等]等が挙げられる。

- [0058] また、アクリル酸やメタクリル酸等の重合物(重合度=2〜200)のアルカリ金属塩も使用可能である。
- [0059] 両性界面活性剤としては、ベタイン型両性界面活性剤[ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルベタイン、ラウリルジメチルベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ラウリルヒドロキシスルホベタイン等]およびアミノ酸型両性界面活性剤[β-ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム等]等が挙げられる。
- [0060] 界面活性剤を加える場合、界面活性剤の含量は、研磨液の重量に基づいて、0.01重量%以上が好ましく、より好ましくは0.05重量%以上、特に好ましくは0.1重量%以上であり、また、5重量%以下が好ましく、より好ましくは3重量%以下、特に好ましくは1重量%以下である。
- [0061] キレート剤としては、例えば、ポリアクリル酸ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、コハク酸ナトリウム及び1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸ナトリウム等が挙げられる。
- [0062] pH調整剤としては、例えば、酢酸、ほう酸、クエン酸、蔞酸、燐酸及び塩酸等の酸；水酸化ナトリウム及び水酸化カリウム等のアルカリ等が挙げられる。
- [0063] 防腐剤としては、例えば、塩酸アルキルジアミノエチルグリシン等が挙げられる。
- [0064] 消泡剤としては、例えば、シリコーン消泡剤、長鎖アルコール消泡剤、脂肪酸エステル消泡剤、ポリオキシアルキレン消泡剤及び金属セッケン消泡剤等が挙げられる。
- [0065] これらのその他の添加剤(キレート剤、pH調整剤、防腐剤及び消泡剤等)を加える場合、これらの含量は、研磨液の重量に基づいて、0.001重量%以上が好ましく、よ



り好ましくは0.05重量%以上、特に好ましくは0.01重量%以上であり、また、10重量%以下が好ましく、より好ましくは5重量%以下、特に好ましくは2重量%以下である。

[0066] 本発明のCMPプロセス用研磨液の製造方法は各原料を配合すればよく、通常の攪拌機等の他に、分散機(ホモジナイザー、超音波分散機、ボールミル及びビーズミル等)も使用でき、温度、時間等の限定はないが、好ましくは、製造時の温度は5℃以上、40℃以下である。

[0067] 本発明のCMPプロセス用研磨液の使用方法は、スラリータンクにストックし、このスラリータンクから定量ポンプを使って研磨ヘッド付近へ供給され、通常、1分間に50〜500ml使用される。パッドは通常のポリウレタン発泡体が可能である。研磨装置及び研磨条件は、公知の装置及び条件が適用できる。

[0068] 研磨後のCMPプロセス用研磨液は、リサイクルすることができ、その際、濾過法等により精製することができる。

[0069] (研磨方法)

本発明の研磨方法は、研磨材、水系溶媒及び添加剤からなり、粒子径20〜80nmの研磨材粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上、好ましくは80重量%以下、より好ましくは60重量%以下含有するCMPプロセス用研磨液を用いて研磨するデバイスウェハーの研磨方法である。好ましくは、研磨条件を変えた二段階以上の研磨工程からなり、いずれかの工程で、本発明のCMPプロセス用研磨液を用いる研磨方法である。

[0070] ここで段階とは、工程条件が変われば次の段階に移行したことを意味し、段階毎に必ずしも回転機器を止める必要はない。二段階目以降とは、一段階が終了した後に二段階目以降を行う場合のような明確な条件変更の場合のみならず、連続的に条件が変化する場合も含む。好ましくは二〜三段階であり、より好ましくは二段階である。連続的に条件が変われば多段階を意味する。本発明のCMPプロセス用研磨液で研磨する工程は特に指定はないが好ましくは一段階目である。

[0071] 一段階目及び二段階目以降の研磨方法は特に限定はないが、下記の条件のうち一つ又は二つ以上の条件下で研磨を行うことが好ましい。

- (1) 一段階目と二段階目以降に使用する研磨材の材質を変える。
- (2) 二段階目以降の研磨液として、一段階目の研磨液を1. 1〜100倍に希釈したものを用いる。
- (3) 一段階目に用いる研磨材の平均粒径( $r_1$ )と二段階目以降に用いる研磨材の平均粒径( $r_2$ )の比 $[(r_1)/(r_2)]$ を0. 1〜10. 0にする。
- (4) 一段階目の研磨時の半導体基板にかかる圧力( $p_1$ )と二段階目以降の研磨時の半導体基板にかかる圧力( $p_2$ )の比 $[(p_1)/(p_2)]$ を0. 3〜5. 0にする。
- (5) 1段階目の研磨時における定盤の回転速度( $t_1$ )と2段階目以降の研磨時における定盤の回転数( $t_2$ )の比 $[(t_1)/(t_2)]$ を0. 2〜2. 0にする。

[0072] (1)の場合、研磨材の材質は前記のものであり、これらのうち、任意の2種類以上の研磨材を選定することができるが、好ましくはいずれかの段階でコロイダルシリカを用いることであり、より好ましくは一段階目でコロイダルシリカを用いることである。この場合二段階目以降で用いる研磨材はコロイダルシリカ以外の二酸化珪素もしくは有機粉末であるのが好ましい。一段階目と二段階目で異なる研磨材を用いることで、キズの少ない被研磨物表面を効率的に得ることができる。また、非常に洗浄効率に優れた被研磨物表面を効率的に得ることができる。

[0073] (2)の場合、より好ましくは二段階目以降の研磨液として、一段階目の研磨液を1. 1〜80倍に希釈した研磨液、特に好ましくは1. 1〜50倍に希釈した研磨液、最も好ましくは1. 1〜10倍に希釈した研磨液を用いることである。二段階目以降の研磨液として、一段階目の研磨液を1. 1〜100倍に希釈した研磨液を用いることで、キズの少ない被研磨物表面を効率的に得ることができる。また、非常に洗浄効率に優れた被研磨物表面を効率的に得ることができる。

[0074] (3)の場合、 $[(r_1)/(r_2)]$ は、0. 2〜8. 0がより好ましく、特に好ましくは0. 3〜6. 0、最も好ましくは0. 5〜4. 0である。 $[(r_1)/(r_2)]$ が0. 1〜10. 0の範囲であると、キズの少ない被研磨物表面を効率的に得ることができる。また、非常に洗浄効率に優れた被研磨物表面を効率的に得ることができる。

[0075] (4)の場合、 $[(p_1)/(p_2)]$ は、0. 35〜4. 5がより好ましく、特に好ましくは0. 4〜4. 0である。研磨パッドへ押圧する際の圧力を調整することで可能となる。一段階目

の研磨時の圧力については、制限はないが、60kPa以下が好ましく、この範囲であると、キズの少ない基板を得ることができる。 $[(p1)/(p2)]$ が0.3～5.0の範囲であると、キズの少ない被研磨物表面を効率的に得ることができる。また、非常に洗浄効率に優れる被研磨物表面を効率的に得ることができる。

- [0076] ここで、研磨する装置としては、半導体基板を保持するキャリアと研磨パッドを貼り付けた定盤を有する一般的な研磨装置が使用でき、加圧方法としては、キャリアの自重を利用する方法、空気を用いて加圧する方法等があるが、特に制限はない。
- [0077] (5)の場合、 $[(t1)/(t2)]$ が0.3～1.8であるのが好ましく、より好ましくは0.4～1.5である。定盤の回転速度を調整することで可能となる。 $[(p1)/(p2)]$ が0.2～2.0の範囲であると、キズの少ない被研磨物表面を効率的に得ることができる。また、非常に洗浄効率に優れる被研磨物表面を効率的に得ることができる。
- [0078] 本発明の研磨方法において、2段階目以降の研磨において、研磨除去される基板の厚みは、とくに制限はないが、30～200nmが好ましく、より好ましくは40～160nm、特に好ましくは50～120nmである。この範囲であると、デバイスの生産に際して、実用的な速度でキズの少ない被研磨面を得ることができる。
- [0079] また、本発明の研磨方法において、同心円溝加工又は螺旋状溝加工した研磨パッドを用いることで、ウェハー外周部まで均一に安定した研磨特性を発現することができる。
- [0080] さらに、本発明の研磨方法において、研磨時間の10%以上、好ましくは20%以上、特に好ましくは35%以上の時間を、研磨と同時にパッドコンディショニングすることで、優れた平坦化特性を安定して発現することができる。パッドコンディショナーとしては、大きさや固定されるダイヤモンドの粒径、形に特に限定されず、たとえばCMP-MC 100A(旭ダイヤモンド社製)を用いることができる。
- [0081] さらに、本発明の研磨方法において、本発明のCMPプロセス用研磨液を研磨パッドに滴下する際に、研磨ヘッドを該研磨液の滴下位置よりも研磨テーブルの回転方向側に置き、且つ該研磨液の滴下位置をパッドコンディショナーよりも研磨テーブルの回転方向側に置き、且つ研磨ヘッドの中心よりもさらにパッドの中心寄りに置いて研磨を行うことで、優れた平坦化特性を安定して発現することができる。

[0082] 本発明者らは、上記研磨材及び添加剤の質、量が、研磨特性、すなわち、表面にパターンの形成されたデバイスウェハーを研磨した際に段差の凹部を研磨することなく、選択的に凸部のみ研磨することができる特性(平坦化特性)と大きな相関があることを見出したものである。

[0083] 本発明により、研磨後のウェハー上に無数のキズを残すことなく、また、添加剤による研磨材の凝集を防ぎ、また、研磨後の洗浄も容易に行うことが可能になり、デバイスウェハーの良品率を著しく向上させることが可能となる。

[0084] (研磨された材料)

本発明のCMPプロセス用研磨液及び研磨方法は、少なくとも酸化珪素膜が形成されたデバイスウェハーの表面平坦化加工に適し、半導体産業等における層間絶縁膜又は素子分離膜からなる半導体デバイスや磁気ヘッド及び液晶ディスプレイ用基板の表面平坦化加工に最適である。

[0085] 本発明のCMPプロセス用研磨液を用いて研磨された層間絶縁膜、素子分離膜は表面の平坦性に優れ、配線の多層化を容易にする。またこの層間絶縁膜、素子分離膜からなる半導体デバイス又は磁気ヘッドは電気特性の優れた性能を有する。

発明を実施するための最良の形態

[0086] 以下、実施例により本発明を更に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。以下において、「部」及び「%」はそれぞれ「重量部」及び「重量%」を示す。

[0087] 製造例1

0.1%ケイ酸ナトリウム水溶液1,000gを陽イオン性交換樹脂(ダイアイオンSK1B;三菱化学社製)1,000gのカラムに通した後、50℃3時間攪拌してシリカゾルを得た。室温に冷却後、35℃減圧下脱水・濃縮によりシリカ濃度30%のスラリー(1)を得た。

[0088] 製造例2

1Lの攪拌機つきガラス製反応容器に、トルエン360ml、ソルビタンモノオレート10.8g、イオン交換水120ml、酢酸1mlを仕込み50℃で10分間激しく攪拌して乳化した。この中にテトラエトキシシラン140mlを一気に投入し、50℃で3時間反応させて、シリカゾルを得た。室温に冷却後このシリカゾルを濾紙(No. 2)で濾過し、濾紙上の

シリカゾルをメタノール及びイオン交換水各1Lでこの順に洗浄後、イオン交換水に分散してシリカ濃度30%のスラリー(2)を得た。

[0089] 製造例3

製造例1と同様に0.1%ケイ酸ナトリウム水溶液1,000gを陽イオン性交換樹脂(ダイアイオンSK1B;三菱化学社製)1,000gのカラムに通した後、65℃5時間攪拌してシリカゾルを得た。室温に冷却後、製造例1と同様にして脱水・濃縮によりシリカ濃度30%のスラリー(3)を得た。

[0090] 実施例1(研磨液A)

プラネタリーミキサーにスラリー(1)を1,000g、30%アンモニア水溶液を13.4g投入し、15分間攪拌してCMPプロセス用研磨液Aを得た。

[0091] 実施例2(研磨液B)

プラネタリーミキサーにスラリー(2)を1,000g、30%アンモニア水溶液を33.5g投入し、15分間攪拌してCMPプロセス用研磨液Bを得た。

[0092] 実施例3(研磨液C)

プラネタリーミキサーにスラリー(1)を1,000g、ヘキサメチレンジアミンを40.0g投入し、15分間攪拌してCMPプロセス用研磨液Cを得た。

[0093] 比較例1(研磨液D)

プラネタリーミキサーにスラリー(3)を1,000g、30%アンモニア水溶液を33.5g投入し、15分間攪拌してCMPプロセス用研磨液Dを得た。

[0094] 比較例2(研磨液E)

プラネタリーミキサーにスラリー(1)を1,000g、水酸化カリウムを4.0g投入し、15分間攪拌してCMPプロセス用研磨液Eを得た。

[0095] 比較例3(研磨液F)

市販のCMPプロセス用研磨液である「SS-25」(Cabot microelectronics社製)をCMPプロセス用研磨液Fとした。

[0096] 比較例4(研磨液G)

炭酸セリウム水和物を空气中で焼成し、ジェットミルを用いて乾式粉碎して得られた酸化セリウムを、プラネタリーミキサーを用いて水に分散させて研磨材濃度1重量%

のCMPプロセス用研磨液Gを調整した。

[0097] 比較例5(研磨液H)

水酸化アルミニウムを電気炉で熔融して得られたアルミナを、プラネタリーミキサーを用いて水に分散させた。ついで、この分散液にアルミナに対して重量比で1%となるポリアクリル酸アンモニウム塩(重量平均分子量:30,000)を加え、研磨材濃度5重量%のCMPプロセス用研磨液Hを調整した。

[0098] <評価1:粒子径をパラメーターとした研磨材濃度測定>

調製したCMPプロセス用研磨液A~Hについて、中心粒径及び研磨液中の粒子径20~80nm、30~70nm、40~60nmの範囲の研磨材濃度(重量%)を、粒度分布測定装置CHDF-2000を用いて求めた。結果を表1に示す。

[0099] [表1]

		実施例			比較例				
		1	2	3	1	2	3	4	5
CMPプロセス用研磨液		A	B	C	D	E	F	G	H
中心粒径(nm)		51	48	51	85	50	183	250	1020
評価1	20~80nm	20.0%	17.0	19.5	10.0	20.2	3.0	1.2	0.2
	30~70nm	15.0%	13.0	14.6	6.0	15.1	1.0	0.7	0.0
	40~60nm	6.5%	6.0	6.3	3.0	6.6	0.4	0.2	0.0

[0100] <評価2:平坦化特性1>

次の研磨条件1に従って表面に凹凸を有するパターンウェハーの研磨試験を行い、CMPプロセス用研磨液A~Cを用いたものを実施例4~6、CMPプロセス用研磨液D~Fを用いたものを比較例6~8とした。被加工物としては、SKW7-2(SKWインク社製)パターンウェハーを使用した。研磨は片面研磨機MAT-ARW681M(Matec applied science社製)を使用した。

[0101] 研磨条件1

研磨条件は、研磨時の研磨ヘッド圧力40kPa、研磨ヘッド回転速度を58rpm、研磨定盤の回転速度を60rpm、研磨液流量を200ml/分、研磨時間1分で一段階目研磨を行い、次いで一段階目研磨で用いた研磨液をイオン交換水で1.5倍に希釈した研磨液を用い、研磨時の研磨ヘッド圧力50kPa、研磨ヘッド回転速度を95rpm、研磨定盤の回転速度を100rpm、研磨液流量を200ml/分、研磨時間15秒で二

段階目研磨を行った。

[0102] 本研磨は、研磨ヘッドをCMPプロセス用研磨液の滴下位置よりも研磨テーブルの回転方向側に設置し、且つCMPプロセス用研磨液の滴下位置をパッドコンディショナーよりも研磨テーブルの回転方向側に設置し、さらにCMPプロセス用研磨液の滴下位置を研磨ヘッドの中心よりもさらにパッドの中心寄りに設置して行った。

[0103] 研磨パッドは、同心円溝加工されたIC1000(050)K-Groove/Suba400(ロデール社製)を用いた。

[0104] また、研磨と同時に圧力20kPa、回転速度20rpmでパッドコンディショニングを行った。パッドコンディショナーは、CMP-MC 100A(旭ダイヤモンド社製)を用いた。

[0105] <評価2. 平坦化特性2>

次にCMPプロセス用研磨液Aを用いて、下記の研磨条件2〜5でSKW7-2(SKWインク社製)パターンウェハーを研磨し、それぞれを実施例7〜10とした。

[0106] 研磨条件2

研磨条件1において、二段階目研磨の研磨液として、一段階目で用いた研磨液を希釈した研磨液に代えてCMPプロセス用研磨液Gを用いる以外は全く同じ条件を研磨条件2とする。

[0107] 研磨条件3

研磨条件1において、二段階目研磨の研磨液として、一段階目で用いた研磨液を希釈した研磨液に代えてCMPプロセス用研磨液Dを用いる以外は全く同じ条件を研磨条件3とする。

[0108] 研磨条件4

研磨条件1において、二段階目研磨の研磨ヘッド圧力を50kPaに代えて80kPaにする以外は全く同じ条件を研磨条件4とする。

[0109] 研磨条件5

研磨条件1において、二段階目研磨のテーブル回転数を100rpmに代えて120rpmにする以外は全く同じ条件を研磨条件5とする。

[0110] 同様にCMPプロセス用研磨液Aを用いて、下記の研磨条件6〜13でSKW7-2(SKWインク社製)パターンウェハーを研磨し、それぞれを比較例9〜16とした。

[0111] 研磨条件6

研磨条件1において、二段階目研磨を行わない以外は全く同じ条件を研磨条件6とする。

[0112] 研磨条件7

研磨条件1において、二段階目研磨の研磨液として、一段階目で用いた研磨液を希釈した研磨液に代えてCMPプロセス用研磨液Hを用いる以外は全く同じ条件を研磨条件7とする。

[0113] 研磨条件8

研磨条件1において、二段階目研磨の研磨圧力を50kPaに代えて150kPaにする以外は全く同じ条件を研磨条件8とする。

[0114] 研磨条件9

研磨条件1において、二段階目研磨のテーブル回転数を100rpmに代えて20rpmにする以外は全く同じ条件を研磨条件9とする。

[0115] 研磨条件10

研磨条件1において、スラリーの滴下位置を研磨ヘッドの中心より外側に置く以外は全く同じ条件を研磨条件10とする。

[0116] 研磨条件11

研磨条件1において、ヘッド位置、コンディショナー、スラリー滴下位置を逆に置く以外は全く同じ条件を研磨条件11とする。

[0117] 研磨条件12

研磨条件1において、研磨パッドをIC1000(050)Perforate/Suba400にする以外は全く同じ条件を研磨条件12とする。

[0118] 研磨条件13

研磨条件1において、パッドコンディショニングを研磨中に行わない以外は全く同じ条件を研磨条件13とする。

[0119] 評価2で研磨した全てのパターンウェハーを0.5%フッ酸水溶液及び超純水中でよくPVAブラシ洗浄後、スピンドライヤ等を用いて半導体基板上に付着した水滴を払い落とししてから乾燥させ、光干渉式膜厚測定機(ナノスペック/AFT 6100A ナ



ノメトリクス社製)を用いて、ウェハの中心、6時方向へ半径の1/2、9時方向へ半径の1/2、12時方向へ半径の1/2及び3時方向のエッジ部に存在する合計5つのダイ中の、凸部と凹部の線幅の比が10:90、30:70、40:60、50:50、60:40、70:30及び90:10の7ヶ所の凸部と凹部を測定点とし、最も膜厚の厚い凸部と最も膜厚の薄い凹部の膜厚差の平均値をウェハの残存段差として算出し、以下の基準で判定した結果を表2に示した。

◎: 2000 Å未満

○: 2000 Å以上3000 Å未満

△: 3000 Å以上5000 Å未満

×: 5000 Å以上

[0120] <評価3:残存研磨材凝集物数、キズ数>

また、評価2で研磨した全てのパターンウェハをサーフスキャンAIT1及びレビューSEMeV300(ともにKLA・テンコール社製)を使用し、研磨によるウェハ上の残存研磨材の数及びキズの数を観測した。ウェハ上に存在する0.2 µm以上の残存研磨材凝集物及びキズの数数を数えて以下の基準で判定し、表2に示した。

◎: 10個未満

○: 10個以上20個未満

△: 20個以上30個未満

×: 30個以上

[0121] [表2]

		一段階目の 研磨液	研磨条件	評価 2	評価 3
実施例	4	A	1	◎	◎
	5	B	1	◎	◎
	6	C	1	◎	◎
	7	A	2	◎	○
	8	A	3	◎	◎
	9	A	4	◎	○
	10	A	5	◎	○
比較例	6	D	1	×	○
	7	E	1	×	○
	8	F	1	×	×
	9	A	6	○	×
	10	A	7	○	×
	11	A	8	○	×
	12	A	9	○	×
	13	A	10	△	×
	14	A	11	△	×
	15	A	12	△	×
	16	A	13	×	△

[0122] 表2の結果から、本発明の研磨方法を用いると、研磨性能(平坦化性能)に優れ、残存研磨材凝集物及びキズが少なくウェハー表面の仕上がりが優れていることが判る。

#### 産業上の利用可能性

[0123] 本発明のCMPプロセス用研磨液は、従来使用されていたCMPプロセス用研磨液に比較して研磨性能(平坦化性能、低キズ特性、高洗浄特性等)が著しく優れるという効果を奏する。また、本発明の研磨方法を用いると、キズが少なく、優れたウェハ表面の仕上がりの被研磨物が得られるという効果を奏する。

[0124] 従って、CMPプロセス用研磨液及び研磨方法は、少なくとも酸化珪素膜が形成されたデバイスウェハーの表面平坦化加工に適し、半導体産業等における層間絶縁膜又は素子分離膜からなる半導体デバイスや磁気ヘッド及び液晶ディスプレイ用基板の表面平坦化加工に最適である。

## 請求の範囲

- [1] 研磨材、水系溶媒及び添加剤からなり、粒子径20～80nmの研磨材粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上含有することを特徴とするCMPプロセス用研磨液。
- [2] 前記添加剤が25℃のpKaが7以上、11以下の塩基性物質である請求項1記載のCMPプロセス用研磨液。
- [3] 前記添加剤が第1級アミノ基を有する脂肪族アミン及び／又はアンモニアである請求項1記載のCMPプロセス用研磨液。
- [4] 前記添加剤の含有量が、研磨液の重量に基づいて0.01重量%以上である請求項1記載のCMPプロセス用研磨液。
- [5] 前記研磨材が、二酸化珪素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、窒化珪素及び酸化ジルコニウムからなる群より選ばれる1種又は2種以上の無機物である請求項1記載のCMPプロセス用研磨液。
- [6] 前記研磨材がコロイダルシリカである請求項1記載のCMPプロセス用研磨液。
- [7] 研磨材、水系溶媒及び添加剤からなり、粒子径20～80nmの研磨材粒子を研磨液の重量に基づいて15重量%以上含有するCMPプロセス用研磨液を用いて研磨するデバイスウェハーの研磨方法。
- [8] 前記デバイスウェハーの研磨表面が、少なくとも酸化珪素からなる膜から形成されたものである請求項7記載の研磨方法。
- [9] 研磨条件を変えた二段階以上の研磨工程からなり、いずれかの工程で、請求項7記載の研磨方法を用いることを特徴とするデバイスウェハーの研磨方法。
- [10] 二段階目以降の研磨工程を下記の条件のうち一つ又は二つ以上の条件下で研磨を行うことを特徴とする請求項9記載の研磨方法。
  - (1) 一段階目と二段階目以降に使用する研磨材の種類を変える。
  - (2) 二段階目以降の研磨液として、一段階目の研磨液を1.1～100倍に希釈したものを用いる。
  - (3) 一段階目に用いる研磨材の平均粒径( $r_1$ )と二段階目以降に用いる研磨材の平均粒径( $r_2$ )の比 $[(r_1)/(r_2)]$ を0.1～10.0にする。

(4)一段階目の研磨時の半導体基板にかかる圧力(p1)と二段階目以降の研磨時の半導体基板にかかる圧力(p2)の比 $[(p1)/(p2)]$ を0.3〜5.0にする。

(5)一段階目の研磨時における定盤の回転速度(t1)と二段階目以降の研磨時における定盤の回転数(t2)の比 $[(t1)/(t2)]$ を0.2〜2.0にする。

- [11] 同心円溝加工又は螺旋状溝加工した研磨パッドを用いる請求項7記載の研磨方法。
- [12] 研磨時間の10%以上の時間を、研磨と同時にパッドコンディショニングを行う請求項7記載の研磨方法。
- [13] CMPプロセス用研磨液を研磨パッドに滴下する際に、研磨ヘッドを該研磨液の滴下位置よりも研磨テーブルの回転方向側に置き、且つ該研磨液の滴下位置をパッドコンディショナーよりも研磨テーブルの回転方向側に置き、且つ研磨ヘッドの中心よりもさらにパッドの中心寄りに置いて研磨を行う請求項7記載の研磨方法。
- [14] 請求項1記載のCMPプロセス用研磨液を用いて研磨されて得られてなる層間絶縁膜又は素子分離膜。
- [15] 請求項14記載の層間絶縁膜又は素子分離膜からなる半導体デバイス。
- [16] 請求項1記載のCMPプロセス用研磨液を用いて研磨されて得られてなる磁気ヘッド又は液晶ディスプレイ用基板。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/006027

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl.<sup>7</sup> H01L21/304

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.<sup>7</sup> H01L21/304

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2002-184726 A (Kabushiki Kaisha Okamoto Kosaku Kikai Seisakusho), 28 June, 2002 (28.06.02), Claims 1, 3 (Family: none)	1-7 11-13
X Y	JP 10-172935 A (Fujimi Inc.), 26 June, 1998 (26.06.98), Par. Nos. [0001], [0002], [0018] to [0022], [0032] & US 6027669 A	1-5, 7, 8, 14-16 11-13
X Y	JP 2003-86548 A (Hitachi, Ltd.), 20 March, 2003 (20.03.03), Par. Nos. [0004], [0030]; page 6, table 1 & US 2003/0025200 A1	1, 5-10, 14, 15 11-13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
28 July, 2004 (28.07.04)Date of mailing of the international search report  
17 August, 2004 (17.08.04)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/006027

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-280165 A (Applied Materials, Inc.), 10 October, 2000 (10.10.00), Par. Nos. [0020] to [0021]; Fig. 4 & EP 1038635 A2	11-13

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl <sup>7</sup> H01L 21/304		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl <sup>7</sup> H01L 21/304		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2004年 日本国登録実用新案公報 1994-2004年 日本国実用新案登録公報 1996-2004年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P 2002-184726 A (株式会社岡本工作機械製作所)	1-7
Y	2002. 06. 28, 【請求項1】, 【請求項3】 (ファミリーなし)	11-13
X	J P 10-172935 A (株式会社フジインコーポレーテッド) 1998. 06. 26, 【0001】, 【0002】, 【0018】-【0022】, 【0032】	1-5, 7, 8, 14-16
Y	& US 6027669 A	11-13
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		
の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 28, 07. 2004		国際調査報告の発送日 17. 8. 2004
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 紀本 孝 3 P 8815 電話番号 03-3581-1101 内線 3363

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P 2003-86548 A (株式会社日立製作所) 2003. 03. 20, 【0004】, 【0030】, 第6頁表1	1, 5-10, 14, 15
Y	& US 2003/0025200 A1	11-13
Y	J P 2000-280165 A (アプライド マテリアルズ, イ ンコーポレイテッド) 2000. 10. 10, 【0020】-【0021】, 図4 & EP 1038635 A2	11-13